Archive of SID

نمایه عمقی اکسیژن در آلومینای آندی با پراکندگی رزونانسی $^{16}O(\alpha,\alpha)^{16}O$

رحیمی ، منیجه[1] ؛ترکیهای اصفهانی ، محمد[1] ؛ کاکویی، امیدرضا [2]؛ فریبا خیری [1]،محمدی مهناز[1]

[1] دانشکده فیزیک، دانشگاه کاشان

[2] پژوهشکده علوم هسته ای پژوهشگاه علوم و فنون هسته ای ، صندوق پستی 11365-3486،تهران ،ایران

چکیده

شناسایی و تعیین نمایه عمقی اکسیژن در سطح مواد ،لایه های نازک به ویژه در کاربردهای تکنولوژی با طیف گسترده ای از اکسیدها استفاده می شود.تعیین آن در فیلم های غیر اکسیدی نیز که در آن اکسیژن به عنوان یک ناخالصی می تواند اثر زیان باری بر کارکردشان داشته باشد، بسیار مهم است. نمایه عمقی عناصر به صورت معمول با استفاده از پس پراکندگی رادرفوردی انجام می گیرد. این تکنیک برای عناصر سبک مناسب نیست ولی پراکندگی رزونانسی عناصر سبک در انرژی بالا همانند پراکندگی رزونانسی $^{16}O(\alpha, \alpha)^{16}O$ به صورت گسترده برای پروفایل عمقی کمی اکسیژن بدون آسیب عمده بر مواد استفاده می شود. پراکندگی رزونانسی $^{16}O(\alpha, \alpha)^{16}O$ برای مطالعه توزیع اکسیژن در نواحی سطحی اکسیدها استفاده می‌شود. در این بررسی از این پراکندگی رزونانسی برای تعیین توزیع اکسیژن در سطح نمونه های اکسید آلومینیوم آندی با انرژی بین 3-3/18MeV استفاده شد.

Depth profiling of oxygen in anodic Alumina by $^{16}O(\alpha,\alpha)^{16}O$ resonance scattering

Rahimi, Manijeh[1] ; Torkihaie esfahani , Mohammad [1]; Kakuee, omidreza[2] kheiri, fariba[1]

[1] *Department of Physics, University of kashan,kashan,Iran*
[2] *Nuclear Science Researcher School,NSTRI, P O Box 3486-11365, Tehran,Iran*

Abstract

Detection and depth profiling of oxygen on material surfaces, thin films in particular, continue to be an area of immense interest due to the ever increasing use of oxides in technological applications. Its determination is important in non-oxide films as well wherein oxygen present as an impurity can have a deleterious impact on their performance. Elemental depth profiling is commonly performed by using Rutherford backscattering spectrometry (RBS) . this technique is not suitable for adequate detection of light elements . but resonance scattering of light elements in high energy like $^{16}O(\alpha, \alpha)^{16}O$ resonance scattering been extensively used for a quantitative depth profiling of oxygen without inducing major damage to the materials. The $^{16}O(\alpha, \alpha)^{16}O$ resonance scattering was applied to study the oxygen distribution in the near surface region of oxides. In this study, the elastic nuclear resonant scattering has been used to determine the distribution of oxygen in the surface region of anodized alumina samples, using $^{16}O(\alpha,\alpha)^{16}O$ nuclear reaction in the energy region of 3.0–3.18 MeV.

PACS No. 29,81

مقدمه

اندازه گیری پروفایل عمقی اکسیژن در مطالعه فرآیندهای خوردگی ،تکنولوژی نیمه رساناها، متالورژی و ابررساناهایی با دمای بالا از نظر تئوری و عملی موردتوجه بسیاری واقع شده است. بنابراین روش های آنالیزی قابل قبول که بتوان اطلاعات کافی در مورد توزیع اکسیژن در لایه ها را بدست آورد مورد نظر قرار گرفته است. پروفایل عمقی عناصر معمولا با استفاده از اسپکترومتری پس پراکندگی رادرفوردی انجام می گیرد[1].

اگرچه روش RBS برای تعیین پروفایل عمقی عناصر سبک همانند اکسیژن به دلیل ضریب سینماتیک کوچک و سطح مقطع پراکندگی کوچک آن با دشواری هایی روبه رو است. روش های مختلفی برای تعیین اکسیژن مفید شناخته شده اند، از آن جمله اسپکترومتری

www.SID.ir

Archive of SID

الکترون اوژه (AES)، اسپکترومتری جرم یونی (SIMS) را می‌توان نام برد.زمانیکه که اندازه گیری دقیقی از اکسیژن با غلظت پایین موردنیاز باشد بسیاری از این روش ها محدود می‌شوند و همچنین برخی از این روش ها اثرات زیان باری بر ماده دارند [2] .

استفاده از روش RBS استاندارد برای بدست آوردن پروفایل عمقی اکسیژن به دلیل سیگنال ضعیف اکسیژن در مقابل پس زمینه ناشی از پس زمینه سیگنال قوی ماتریس مواد با چالش روبه رو است.برای غلبه بر این مانع اندازه گیری رزونانس هسته ای الاستیک برای بالا بردن حساسیت اندازه گیری اکسیژن استفاده می شود. پراکندگی رزونانسی $^{16}O(\alpha,\alpha)^{16}O$ روشی مشهور از روش‌های IBA برای نمایه عمقی اکسیژن به خاطر حساسیت بسیار بالا و توان عمقی خوب آن استفاده می شود اگر چه در این روش آنالیزی نیز با توجه به اندازه گیری های پرزحمت و ابهاماتی که در انرژی رزونانسی وجود دارد مشکلاتی وجود دارد ولی حساسیت بالای این روش و غیر مخرب بودن آن باعث شده این روش بیشتر چشمگیر باشد[3].

روش آزمایش

نمونه های اکسید آلومینیوم متخلخل مورد استفاده در این آزمایش با روش الکتروشیمی در محلول الکترولیت اسید اکسالیک 0/3مولار با دو روش آندایز نرم وسخت و با ولتاژهای40 و 130 ولت و با تخلخل های 10 و 4 درصد ایجاد شده اند .

آنالیزهای انجام شده در این پژوهش در آزمایشگاه واندوگراف انرژی سازمان اتمی ایران با استفاده از شتاب دهنده واندوگراف بالای 3 Mev انجام شد. اندازه گیری ها شامل بمباران لایه اکسیدی آلومینیوم آندایز شده با باریکه کاملا موازی هلیوم و آشکارسازی ذرات آلفا پس پراکنده شده توسط آشکارساز سد سطحی سیلیکونی (SBD) بود. باریکه هلیوم با زاویه نرمال بر سطح نمونه برخورد کرده و ذرات پس پراکنده تحت زاویه 165 درجه نسبت به بردار نرمال بر سطح نمونه آشکار شد. قدرت تفکیک انرژی باریکه یونی آلفا بهتر از500 الکترون ولت ، قدرت تفکیک انرژی آشکارساز 15کیلو الکترون ولت و همچنین قدرت تفکیک انرژی آشکارساز و الکترونیک آشکارسازی بهتر از 20 کیلوالکترون ولت است.

برای بدست آوردن نمایه عمقی، فرکانس باریکه فرودی با گام‌های فرکانسی 250KHz که تقریبا برابر با انرژی در حدود48-50KeV است، افزایش داده شد تا به انرژی 3/045 Mev و انرژی های بالاتر از آن برسد (انرژی های بالاتر از3 Mev اولین بار در این آزمایش استفاده شد).

با استفاده از رابطه زیر می‌توان عمق اکسیژن را بدست آورد.

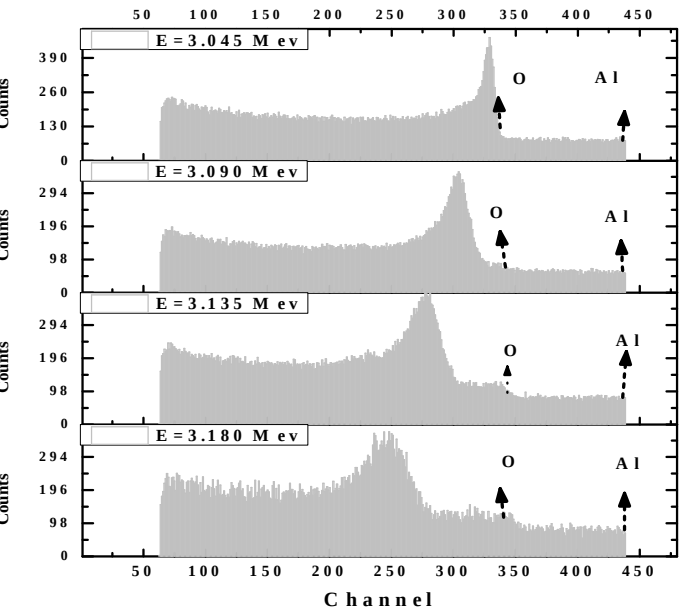
$$X=E_\alpha-E_R/S(E_\alpha) \qquad (1)$$

E_α انرژی باریکه آلفا ، E_R انرژی رزونانسی و $S(E_\alpha)$ توان توقف ماده هدف می‌باشد (توان توقف با استفاده از SRIM 2008 محاسبه شد). همچنین برای بدست آوردن ترکیب اتمی می‌توان با استفاده از روش مقایسه ای AL_2O_3/AL به عنوان کالیبره استاندارد بدست آورد نسبت اتمی q/p در یک اکسید فلزی M_PO_q با استفاده از رابطه زیر بدست آورد.

$$q/p=2R€(M)/€(AL)+2€(O)(1-R) \qquad (2)$$

R نسبت بازده رزونانسی اکسیژن در M_PO_q و AL_2O_3 و € سطح مقطع توقف عنصر داخل پرانتز است[1].

نتایج و بحث



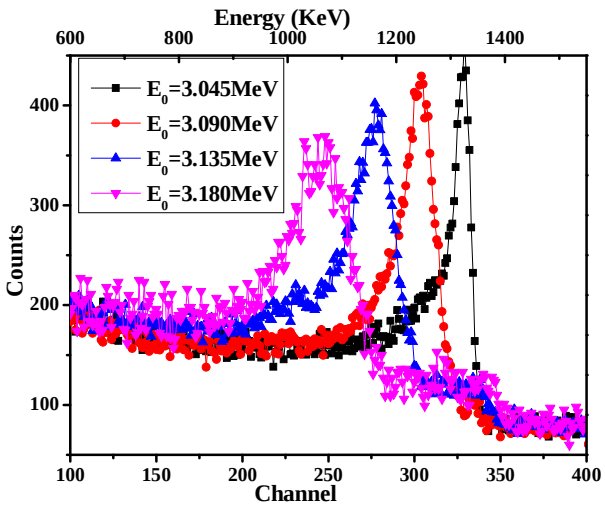
شکل 1: طیف آلفای پس پراکنده از واکنش رزونانسی $^{16}O(\alpha,\alpha)^{16}O$

www.SID.ir

Archive of SID

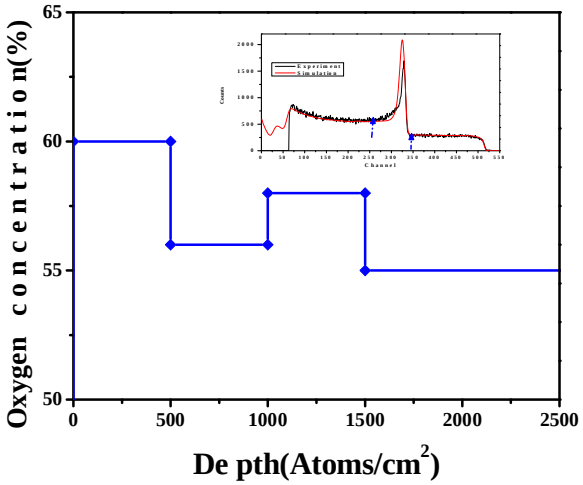
در انرژی های Mev ۳/۱۸-۳

در شکل ا طیف آلفای پس پراکنده از واکنش رزونانسی O 16(α, 16O(α در انرژی های Mev 045 /3، 3/090، 3/135 و 3/180 نشان داده شده است هانطور که در شکل 2دیده می‌شود لبه های انتهایی طیف های حاصل (کانال 450-350) با توجه به فاکتور سینماتیکی آلومینیوم که عنصر سنگینی است نسبت به اکسیژن مربوط به ذرات آلفی برگشتی از آلومینیوم است که توسط آشکارساز شمارش شده است و کانال350-200 مربوط به ذرات آلفای برگشتی از اتم های اکسیژن موجود در نمونه ها است که با زمینه ای از آلفاهای برگشتی از آلومینیوم می باشد. مشاهده می شود که با افزایش انرژی، قله رزونانسی ناشی از رزونانس اتم های اکسیژن با ذرات آلفای باریکه ، به سمت انرژی های پایین ترکشیده می شود در واقع با افزایش انرژی فرودی ، توان توقف ذرات آلفا نفوذی به عمق کاهش می یابد و باعث می‌شود تا عمق های بیشتر نفوذ کرده و ذرات پس پراکنده نیز انرژی کمتری را به دلیل نفوذ در عمق خواهند داشت. با برازش(Fit) هر یک از قله های رزونانسی مشاهده شد که هر چه انرژی افزایش می یابد سطح زیر قله افزایش و به تبع آن عمق شناسایی اتم های اکسیژن افزایش می یابد .



شکل 2: نمایی از قله های رزونانسی با انرژی های Mev ۳/۱۸-۳/۰۴۵

انرژی های استفاده شده عمقی در حدود 3/5-3 میکرون از اکسید آلومینیوم را جاروب می کند ولی نمایه عمقی که برای اکسیژن می‌توان با شبیه سازی های انجام گرفته بدست آورد در حدود 600 nm است همانطور که در شکل 3 مشاهده می شود نمایه عمقی اکسیژن و تغییرات غلظت آن را در عمق‌های مختلف برای هر یک از انرژی‌های به کاربرده شده رسم گردید.



شکل 3:نمایه عمقی اکسیژن در انرژی Mev ۳/۰۹۰

همچنین در بررسی استکیومتری اکسیژن و آلومینیوم تشکیل دهنده با استفاده از فرمول2 و نیز شبیه سازی های انجام گرفته با نرم افزار SIMNRA حاصل شد[4]، که نسبت آنها به صورت 2به 3 نمی باشد بنابراین لایه های اکسیدی به صورت کامل اکسید نمی شوند و در لایه هایی از آن مقداری آلومینیوم به صورت اکسید نشده باقی می ماند.

نتیجه گیری

روش اسپکترومتری پس پراکندگی رادرفوردی (RBS) روشی مهمی برای شناسایی و توزیع عمقی عناصر موجود در یک نمونه را ارائه می دهد .اگر چه این روش برای شناسایی کافی از عناصر سبک همانند اکسیژن مناسب نیست. در این پژوهش رزونانس هسته ای برای تعیین پروفایل اکسیژن در اکسید آلومینیوم آندی با استفاده از پراکندگی رزونانسی اکسیژن $^{16}O(\alpha,\alpha)^{16}O$ در انرژی 3/045 به کار گرفته شد. نتایج حاصله نشان می دهد که غلظت اکسیژن در لایه های زیرین (پایین تر از لایه سطحی) رفته رفته کاهش می یابد و نیز از شدت اکسید شدن کاسته می شود و همچنین نشان می دهد که نسبت استکیومتری عناصر تشکیل دهنده اکسیژن و آلومینیوم به صورت 2به 3 نیست.

سپاسگزاری

www.SID.ir

Archive of SID

از اساتید راهنما و ریاست محترم آزمایشگاه واندوگراف پژوهشگاه علوم و فنون هسته ای جهت فراهم کردن امکان استفاده از تجهیزات آزمایشگاه برای انجام این کار پژوهشی بسیار سپاسگزاریم.

مراجع

[1]. G.L.N. Reddy, P. Rao, J.V. Ramana, S. Vikramkumar, V.S. Raju, S. Kumar, J. Radioanal Nucl. Chem., **294**, 401 (2012).

[2]. S. Nsengiyumvat, J.P. Riviere, A.T. Raji, Nuclear Materials., **414**, 155 (2011).

[3]. Y. Wang, M. Nastasi, (eds.), *Handbook of Modern Ion Beam Materials Analysis*, Second ed., Materials Research Society, **440** (2009).

[4]. M. Mayer, SIMNRA user's guide,Report IPP9/113,Max-Institut fur Plasmaphysik, Garching,Germany (1997).

www.SID.ir